

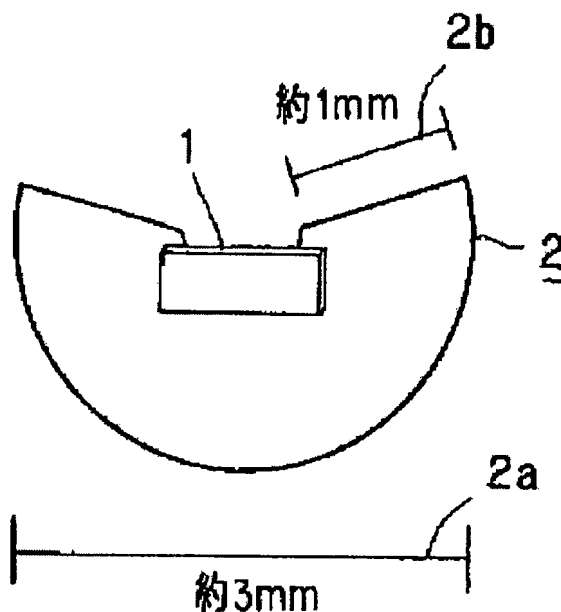
# OBSERVATION METHOD OF TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE AND HOLDING JIG

Patent number: JP2000329664  
Publication date: 2000-11-30  
Inventor: HAMADA ETSUO  
Applicant: NIPPON KOKAN KK  
Classification:  
- international: G01N1/28; G01N1/32  
- european:  
Application number: JP19990136754 19990518  
Priority number(s): JP19990136754 19990518

Report a data error here

## Abstract of JP2000329664

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain an observation method of a transmission electron microscope whereby an observation sample can be TEM observed without disturbing a magnetic field of an electromagnetic lens even when the observation sample is a magnetic material, and obtain a holding jig which can stably hold the sample. **SOLUTION:** When a magnetic material is used as a sample for TEM, the sample 1 of the magnetic material is processed by the FIB method to a volume of not larger than 0.025 mm<sup>3</sup>. The sample 1 of the volume has a lateral width of 2 mm or smaller. A sample holding ring 2 has a ring width 2b whereby the sample 1 of the lateral width of 2 mm or smaller can be held to the vicinity of a center part of the ring 2. The sample 1 is held to the vicinity of the center part of the ring 2, to which a TEM observation is executed. A magnetic field of a TEM electromagnetic lens will not be disturbed by the other part than an observation area of the sample 1, so that an efficiency of the TEM observation and of a TEM-EDX analysis is greatly improved.



Data supplied from the [esp@cenet](mailto:esp@cenet) database - Worldwide

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	デフォルト* (参考)
G 0 1 N	1/28	C 0 1 N	C
	1/32		B
			W

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平11-136754

(22) 出願日 平成11年5月18日 (1999. 5. 18)

(71) 出願人 000004123

日本鋼管株式会社

東京都千代田区丸の内一丁目1番2号

(72) 発明者 濱田 悦男

東京都千代田区丸の内一丁目1番2号

日本鋼管株式会社内

(74) 代理人 100083839

弁理士 石川 泰男

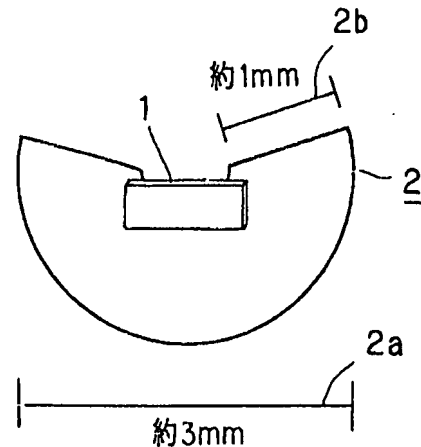
(54) 【発明の名称】 透過型電子顕微鏡の観察方法および保持治具

(57) 【要約】

【課題】 透過型電子顕微鏡によって磁性材料を観察する。

【解決手段】 TEMの試料として磁性材料を用いるに当たり、FIB法によって磁性材料の試料1の体積を0.025mm<sup>3</sup>以下に加工する。前記体積の試料1の横幅は2mm以下となる。試料保持リング2は、横幅が2mm以下の試料1をリング2の中心部近傍に保持可能なリング幅2bを有する。試料1をリング2の中心部近傍に保持し、TEM観察を実施する。

【効果】 試料1の観察領域以外の部分によるTEM磁界レンズの磁界の乱れが無く、TEM観察およびTEM-EDX分析の効率が大幅に向上する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 透過型電子顕微鏡の観察方法において、前記観察される磁性材料は予めその体積が $0.025\text{ mm}^3$ 以下になるように加工され、しかる後、収束イオンビーム法により観察領域を薄片化加工されることを特徴とする透過型電子顕微鏡の磁界レンズの磁界の乱れの少ない透過型電子顕微鏡の観察方法。

【請求項2】 磁性材料を保持するための試料保持リングを備える透過型電子顕微鏡の試料保持治具において、前記試料保持リングは、横幅が $2\text{ mm}$ 以下の磁性材料をリング中心部近傍に保持可能なリング幅を有することを特徴とする透過型電子顕微鏡の保持治具。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、透過型電子顕微鏡（以下、「TEM」という）によって磁性材料を観察する方法および保持治具に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】透過型電子顕微鏡（TEM）によって試料観察を行う場合、試料対象材料を薄片化することが必要である。そのため対象材料によっては、試料作製が困難となる。例えば、めっき鋼板のめっき被膜-鋼板界面の断面方向からの観察を行う場合、電解研磨法およびイオンミリング法等では、めっき被膜のみが選択的に研磨されてしまう問題がある。また、ミクロトーム法では、試料を切削するために、試料の変形、破壊および疵等により本来の構造を保てない等の問題が生じる。

【0003】これに対し、収束イオンビーム（Focused Ion Beam）法（以下、「FIB」という）では、以上のような問題を生じることなく、所望の箇所を高精度で加工可能であり、 $100\text{ nm}$ 程の厚さの薄片ならば困難なく作製が可能である。従って、近年、FIBは、TEM試料作製に盛んに使われるようになっている。

【0004】一般にFIBにより作製するTEM試料は、TEMの試料ホルダに装着可能なように、図3に示すような試料保持リングを備える試料保持用の治具に装着される。リングの材質は主にCuであるが、試料中にCuが存在する場合等、分析の障害となる場合には、他の材質（Ti、Au等）が用いられる。図3に示す従来の保持治具においては、円弧状のリング5の径5aは約 $3\text{ mm}$ 、リング幅5bは約 $0.5\text{ mm}$ に設定されている。

【0005】試料ホルダの構成上、円弧状のリング5の中心部近傍に観察領域6を位置させる必要が有るため、試料（対象材料）4は、図4に示すように、例えば、 $2.0\text{ mm}$ （横幅） $\times 0.5\text{ mm} \times 50\text{ }\mu\text{ m} = 0.05\text{ mm}^3$ （体積）の大きさに前加工されて、図5に示すようにリング5に接着される。図4において、4aは試料の横幅を示す。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前加工試料4が鉄鋼材料等のような磁性材料の場合には、上記のように体積が $0.05\text{ mm}^3$ もあると、リング中心部のみならずその周辺にも試料が位置し、透過型電子顕微鏡の磁界レンズの磁界が乱され、TEM観察が困難になる問題がある。

【0007】従って、この発明の目的は、観察試料が磁性材料の場合においても、磁界レンズの磁界が乱れることなくTEM観察を実施することができる透過型電子顕微鏡の観察方法、および、当該試料を安定して保持することができる保持治具を提供することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】我々は、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた。その結果、観察領域以外の部分が多く残存することが、レンズの磁界攪乱の要因であること、即ち、試料の体積をできるだけ減少し観察領域以外の箇所を減らすことにより、磁界の乱れを減少することができることを知見した。この発明は、上記の知見に基づいてなされたものである。

【0009】請求項1記載の発明は、透過型電子顕微鏡の観察方法において、前記観察される磁性材料は予めその体積が $0.025\text{ mm}^3$ 以下になるように加工され、しかる後、収束イオンビーム法により観察領域を薄片化加工されることに特徴を有する透過型電子顕微鏡の磁界レンズの磁界の乱れの少ない透過型電子顕微鏡の観察方法である。

【0010】請求項2記載の発明は、磁性材料を保持するための試料保持リングを備える透過型電子顕微鏡の試料保持治具において、前記試料保持リングは、横幅 $2\text{ mm}$ 以下の磁性材料をリング中心部近傍に保持可能なリング幅を有することに特徴を有する透過型電子顕微鏡の保持治具である。

【0011】FIBによって磁性材料（試料）の体積を $0.025\text{ mm}^3$ 以下に加工することにより、TEMの観察領域以外の部分の面積が減少しレンズの磁界の乱れを防止することができる。

【0012】体積を $0.025\text{ mm}^3$ 以下とすると、試料の横幅は $2\text{ mm}$ 以下と小さくなる。従来、透過型電子顕微鏡の試料保持治具が備える試料保持リングは、その径が約 $3\text{ mm}$ 、リング幅は約 $0.5\text{ mm}$ が一般的なので、このようにリング幅が小さい従来のリングでは、横幅が $2\text{ mm}$ 以下の試料を中心部近傍に保持することはできない。従来の保持治具は、保持リングの中心部近傍が空域となっているからである（図5参照）。請求項2に記載のリング幅を有する試料保持治具によれば、横幅 $2\text{ mm}$ 以下の試料をリングの中心部近傍に保持可能である。

## 【0013】

【発明の実施の形態】次に、この発明の実施の形態を図

面を参照しながら説明する。

【0014】図1は、この発明の実施の形態に係る試料保持治具である。図1に示すように、保持治具は円弧状のリング2を備えている。リング2の径2aは3mmで従来のリング5（図3参照）と同じであるが、そのリング幅2bは1mmとなっている。このように、リング2は、横幅2mmまたはそれ以下の試料1を円弧の中心部近傍に保持するのに十分なリング幅2bを有しており、リング2の中心部近傍に試料（磁性材料）1を保持できるようにになっている。

【0015】図1に示す加工試料（磁性材料）1は、FIBによって $\{1.0\text{mm（横幅）} \times 0.5\text{mm} \times 50\mu\text{m} = 0.025\text{mm}^3\text{（体積）}\}$ の大きさに加工されている。これは、図4に示す大きさ $\{2.0\text{mm（横幅）} \times 0.5\text{mm} \times 50\mu\text{m} = 0.05\text{mm}^3\text{（体積）}\}$ の従来の加工試料4の半分の大きさである。また、試料1の体積は $0.025\text{mm}^3$ 未満でもよい。

【0016】本実施の形態では、試料1の体積が従来の試料4の半分以下となっている上に、TEMの電子線入射方向から見て、より等方的な試料形状（図1参照）になっているので、TEMの磁界レンズの乱れを抑えることができる。例えば、従来の治具5を用いた試料4の大きさでは（図3～5参照）、試料4の傾斜角度 $0^\circ$ から、分析のために $20^\circ$ 傾斜させたとき、電子ビームは軸から大きく外れてしまい再度の大幅な軸調整が必要になり、ときには、ビームを軸の中心に戻すために電子銃のシフトが必要な場合がある。本発明では、電子ビームは移動するものの、像観察用の蛍光板内にビームが留まっており、再度の軸調整も最小限で可能である。更に、分析であれば再度の軸調整は必要ない。

【0017】図2は、この発明の実施の形態に係る他の保持治具である。図2に示すように、リング3の径3aは3mmである。ほぼ直径方向に設けられた直線状の切り欠き3bの中心部近傍に試料を保持することにより、試料1をリング3の円弧の中心部近傍に保持することが

できる。図2に示すリング3を備える保持治具によっても図1の保持治具と同等の効果を得ることができる。

【0018】

【実施例】次に、この発明の実施例を説明する。

【0019】 $\{2.0\text{mm（横幅）} \times 0.5\text{mm} \times 50\mu\text{m} = 0.05\text{mm}^3\text{（体積）}\}$ の、従来の大きさの磁性材料の供試体1を調製した。次いで、供試体1を従来の保持治具（図3参照）に接着し、TEM観察実験に供した。

【0020】また、供試体1と同じ大きさの磁性材料の試料を本発明保持治具（図1参照）に接着し、FIBによって下記に示す大きさの供試体2～5に加工した。そして、それぞれTEM観察に供した。供試体2～5の大きさは下記の通りであった。

【0021】供試体2： $\{1.6\text{（横幅）mm} \times 0.5\text{mm} \times 50\mu\text{m} = 0.04\text{mm}^3\text{（体積）}\}$

供試体3： $\{1.4\text{（横幅）mm} \times 0.5\text{mm} \times 50\mu\text{m} = 0.035\text{mm}^3\text{（体積）}\}$

供試体4： $\{1.2\text{（横幅）mm} \times 0.5\text{mm} \times 50\mu\text{m} = 0.030\text{mm}^3\text{（体積）}\}$

供試体5： $\{1.0\text{（横幅）mm} \times 0.5\text{mm} \times 50\mu\text{m} = 0.025\text{mm}^3\text{（体積）}\}$

TEM観察は、試料傾斜角度 $0^\circ$ のときに、電子ビームの光軸調整を行い、次いで、 $20^\circ$ 傾斜して以下の項目（1）～（3）について比較を行った。

（1）倍率5万倍で、蛍光板上でのビームのずれ（蛍光板中心部からのビームのずれ量）。

（2）ビームの非点補正量（従来の大きさの試料（供試体1）を用いたときに必要な補正量を1とした）。

（3）像の非点補正量（従来の大きさの試料（供試体1）を用いたときに必要な補正量を1とした）。

【0022】その結果を表1に示す。

【0023】

【表1】

表 1

供試体 No.	試料の大きさ		評価項目		
			ビームのずれ量	ビームの 非点補正 量	像の非点 補正量
1	2.0mm × 0.5mm × 50 $\mu$ m (0.05mm <sup>3</sup> )	比較例	蛍光板外 (測定不可能)	1	1
2	1.6mm × 0.5mm × 50 $\mu$ m (0.04mm <sup>3</sup> )	比較例	蛍光板外 (測定不可能)	0.9	0.9
3	1.4mm × 0.5mm × 50 $\mu$ m (0.035mm <sup>3</sup> )	比較例	蛍光板外 (測定不可能)	0.7	0.8
4	1.2mm × 0.5mm × 50 $\mu$ m (0.030mm <sup>3</sup> )	比較例	6 cm	0.2	0.3
5	1.0mm × 0.5mm × 50 $\mu$ m (0.025mm <sup>3</sup> )	本発明例	3 cm	0.1	0.1

表1に示すように、本発明例である供試体5では、蛍光板上でのビームの移動量、ビームおよび像の非点補正量が、比較例(供試体1～4)よりも大幅に減少していることが分かる。以上より、本発明によれば、TEM観察およびTEM-EDX(エネルギー分散型蛍光X線)分析の効率が大幅に向上することが分かる。

【0024】

【発明の効果】以上説明したように、この発明によれば、従来の前加工法で作製した試料よりも体積の小さい試料を用いることによって、TEMの磁界レンズに与える影響を減少させることができ、TEMの軸調整が容易となり、良好な像および分析結果を得ることができ、TEM観察およびTEM-EDX(エネルギー分散型蛍光X線)分析の効率が大幅に向上し、かくして有用な効果がもたらされる。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の実施の形態に係る保持治具および試料の装着状態を示す斜視図である。

【図2】この発明の実施の形態に係る他の保持治具を示す説明図である。

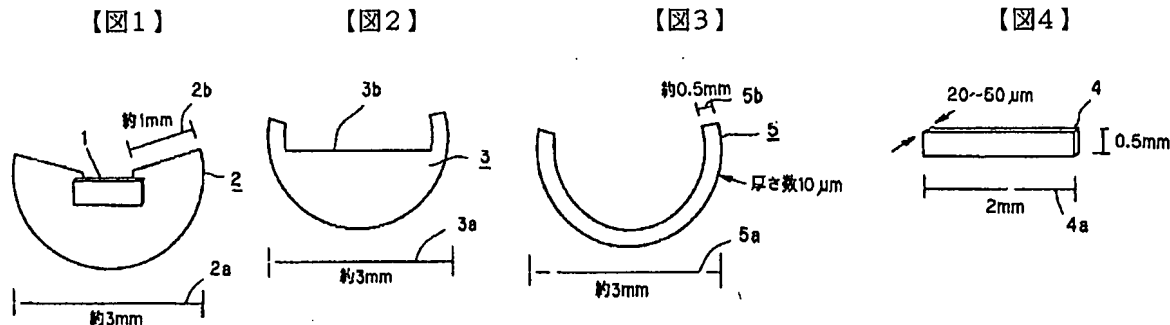
【図3】従来のFIBで加工するTEM観察用試料の保持治具を示す説明図である。

【図4】従来のTEM観察用試料を示す斜視図である。

【図5】従来の保持治具および試料の装着状態を示す斜視図である。

【符号の説明】

- 1 試料
- 2 リング
- 2a リング径
- 2b リング幅
- 3 リング
- 3a リング径
- 3b 切り欠き
- 4 従来の試料
- 4a 横幅
- 5 リング
- 5a リング径
- 5b リング幅
- 6 観察領域



【図5】

